ฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมของไคโตแซนและไฮดรอกซีโพรพิลเมทิลเซลลูโลส

นางสาว วารุณี ฟางทวานิช

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์
บัณฑิตมหาวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2540
ISBN 974-638-753-7
ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

I18219007

CHITOSAN-HYDROXYPROPYL METHYLCELLULOSE BLEND FILMS

MISS WARUNEE FANGTAWANIT

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science in Applied Polymer Science and Textile Technology
Department of Materials Science
Graduate School
Chulalongkorn University
Academic Year 1997
ISBN 974-638-753-7

หัวข้อวิทยานิพนธ์	ฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมของไคโตแซนและไฮดรอกซีโพรพิลเมทิลเซลลูโลส
โดย	นางสาว วารุณี ฟางทวานิช
ภาควิชา	วัสดุศาสตร์
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. เข็มชัย เหมะจันทร

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญามหาบัณฑิต

..... คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย
(ศาสตราจารย์นายแพทย์ ศุภวัฒน์ ชุติวงศ์)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ
(รองศาสตราจารย์ไพพรรณ สันติสุข)

.....อาจารย์ที่ปรึกษา
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. เข็มชัย เหมะจันทร)

.....กรรมการ
(รองศาสตราจารย์เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร์)

พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสีเขียวนี้เพียงแผ่นเดียว

วารุณี ฟางทวานิช : ฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมของไคโตแซนและไฮดรอกซีโพรพิลเมทิลเซลลูโลส (CHITOSAN-HYDROXYPROPYL METHYLCELLULOSE BLEND FILMS) อ.ที่ปรึกษา : ผศ. ดร. เข็มชัย เหมะจันทร; 74 หน้า. ISBN 974-638-753-7.

ฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมของไคโตแซนและไฮดรอกซีโพรพิลเมทิลเซลลูโลสที่อัตราส่วนต่าง ๆ ถูกเตรียมจากการขึ้นรูปด้วยเทคนิคการหล่อแบบที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้สารละลายกรดแอซิติกเข้มข้น 0.5 % เป็นตัวทำละลาย เพื่อศึกษาสมบัติเชิงกล และสมบัติทางกายภาพของฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสม ผลการศึกษาพบว่า ไคโตแซนมีความเป็นผลึกมากกว่าไฮดรอกซีโพรพิลเมทิลเซลลูโลส ความเป็นผลึกและความทนแรงดึงของฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมลดลงเมื่อปริมาณไฮดรอกซีโพรพิลเมทิลเซลลูโลสเพิ่มขึ้น ขณะที่การยืดตัวของฟิล์มกลับมีค่าเพิ่มขึ้น นอกจากนี้การดูดซึมน้ำและการละลายในสารละลายต่างชนิดกันของฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมขึ้นอยู่กับความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย การดูดซึมน้ำของฟิล์มเพิ่มขึ้นตามปริมาณหมู่แอมีนที่ถูกโปรโตเนทบนโมเลกุลของไคโตแซน อย่างไรก็ดี การอบฟิล์มด้วยความร้อนไม่ทำให้เปลี่ยนแปลงความทนแรงดึงและการยืดตัวของฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมทุกอัตราส่วน แต่ลดการดูดซึมน้ำและการละลายในสารละลายที่มีพีเอ็ช 1.0 และพีเอ็ช 6.1 ของฟิล์มที่มีปริมาณไคโตแซนตั้งแต่ 50 ถึง 100% ขณะที่การดูดซึมน้ำและการละลายของฟิล์มทุกอัตราส่วนในสารละลายที่มีพีเอ็ช 7.4 กลับไม่เปลี่ยนแปลง การอบฟิล์มด้วยความร้อนจึงอาจทำให้เกิดโครงร่างตาข่ายระหว่างโมเลกุลของไคโตแซน และ/หรือ เพิ่มความเป็นผลึกในฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสม

ภาควิชา วัสดุศาสตร์ ลายมือชื่อนิสิต .....

สาขาวิชา วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์ฯ ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา .....

ปีการศึกษา 2540 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม -

C826420 : MAJOR APPLIED POLYMER SCIENCE AND TEXTILE TECHNOLOGY
KEY WORD: CHITOSAN / HYDROXYPROPYL METHYLCELLULOSE / BLEND FILMS
WARUNEE FANGTAWANIT : CHITOSAN-HYDROXYPROPYL METHYLCELLULOSE BLEND FILMS
THESIS ADVISOR : ASS. PROF. KHEMCHAI HEMACHANDRA, Ph.D. 74 pp. ISBN 974-638-753-7

Blend films consisting of chitosan and hydroxypropyl methylcellulose (HPMC) were prepared from a solvent casting technique at room temperature. Mechanical properties and physical properties were investigated. It was stablished that chitosan had more crystallinity than HPMC. Crystallinity and tensile strength of blend films decreased with an increase in HPMC content while elongation increased.However, water absorption and solubility in different aqueous media of blend films depending on pH of solution.Water absorption of blend films increased with an increase in protonated amino group in chitosan molecules. Heat treatment did not change tensile strength and elongation but reduced water absorption and solubility of blend films having chitosan content from 50 to 100 % in a medium of pH 1.0 and pH 6.1. On the other hand, water absorption and solubility in a medium of pH 7.4 did not change. Heat treatment might be attributed to the formation of crosslinks and/or crystallites in the blend films.

ภาควิชา วัสดุศาสตร์ ลายมือชื่อนิสิต วารุณี ฟางทวานิช

สาขาวิชา วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์ฯ ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา เขมชัย เหมะจันทร

ปีการศึกษา 2540 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม -

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. เข็มชัย เหมะจันทร อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ รองศาสตราจารย์ไพพรรณ สันติสุข และ รองศาสตราจารย์ เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร์ และคณาจารย์ภาควิชาวัสดุศาสตร์ทุกท่าน ที่กรุณาให้คำปรึกษา แนะนำ และช่วยเหลือทำให้การวิจัยครั้งนี้สำเร็จลุล่วงตามเป้าหมาย

ขอขอบพระคุณ สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ความอนุเคราะห์และเอื้อเฟื้อด้านสารเคมี เครื่องมือ อุปกรณ์ และสถานที่ปฏิบัติการเป็นอย่างดี

ขอขอบพระคุณ บริษัท ยูนิคอร์ด จำกัด และบริษัท รามาโปรดักชั่น จำกัด ที่ให้ความอนุเคราะห์สารตั้งต้นสำหรับงานวิจัย

ขอขอบพระคุณ เจ้าหน้าที่ฝ่ายวิจัย สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ เจ้าหน้าที่ภาควิชาวัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยทุกท่าน และเจ้าหน้าที่ฝ่ายวิชาการ สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย (วท.) ที่ให้ความสะดวกในการปฏิบัติงานวิจัย การแนะนำ และการประสานงาน รวมทั้งเพื่อน ๆ ที่เป็นกำลังใจ พร้อมทั้งให้ความช่วยเหลือด้วยดีตลอดมา

ท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา ผู้ให้การเลี้ยงดู อบรม และส่งเสริมการศึกษาเป็นอย่างดีตลอดมา รวมทั้งเป็นกำลังใจ และให้การสนับสนุนจนสามารถสำเร็จการศึกษาตามเจตนารมณ์

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....จ
กิตติกรรมประกาศ.....ฉ
สารบัญ.....ช
สารบัญตาราง.....ฌ
สารบัญรูป.....ญ

บทที่

1 บทนำ.....1
2 วารสารปริทัศน์.....4
2.1 ลักษณะทั่วไปของไคตินและไคโตแซน.....4
2.1.1 ไคติน.....4
2.1.2 ไคโตแซน.....4
2.2 แหล่งที่พบ.....5
2.3 การเตรียมไคตินและไคโตแซน.....7
2.4 สมบัติของไคโตแซน.....9
2.5 ลักษณะทั่วไปของเซลลูโลสอีเทอร์.....14
2.6 ไฮดรอกซีโพรพิลเมทิลเซลลูโลส.....16
2.7 การเตรียมไฮดรอกซีโพรพิลเมทิลเซลลูโลส.....18
2.8 สมบัติของไฮดรอกซีโพรพิลเมทิลเซลลูโลส.....18
2.9 พอลิเมอร์ผสม.....24
2.9.1 การเตรียมฟิล์มไคโตแซน.....25
2.9.2 ฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมของไคโตแซนและพอลิเมอร์อื่น ๆ.....27
2.9.3 ฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมของไฮดรอกซีโพรพิลเมทิลเซลลูโลส
และพอลิเมอร์อื่น ๆ 32

สารบัญ(ต่อ)

หน้า

3 ขั้นตอนและวิธีดำเนินการวิจัย....35

3.1 ขั้นตอนการวิจัย....35

3.2 วัตถุดิบและสารเคมี....35

3.3 อุปกรณ์และเครื่องมือการวิจัย....37

3.4 วิธีดำเนินการวิจัย....38

3.4.1 การเตรียมสารละลายพอลิเมอร์ และฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสม....38

3.4.2 การศึกษาอุณหภูมิในการอบฟิล์มที่มีต่อสมบัติของฟิล์มจาก พอลิเมอร์ผสม....39

3.4.3 การทดสอบสมบัติของฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมที่อัตราส่วนต่าง ๆ....39

4 ผลการทดลองและวิจารณ์ 43

4.1 ลักษณะทั่วไปของฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสม 43

4.2 การวิเคราะห์ความเป็นผลึกของฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสม....45

4.3 การวิเคราะห์ความทนแรงดึง และการยืดตัวของฟิล์มจาก พอลิเมอร์ผสม....47

4.4 การวิเคราะห์การดูดซึมน้ำและการละลายของฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสม ในสารละลายที่มีความเป็นกรด-ด่างต่าง ๆ 49

4.5 การวิเคราะห์ผลของอุณหภูมิในการอบฟิล์มที่มีต่อสมบัติของฟิล์ม จากพอลิเมอร์ผสม....54

4.5.1 ผลของอุณหภูมิในการอบฟิล์มต่อความทนแรงดึง และการยืดตัวของฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสม....54

4.5.2 ผลของอุณหภูมิในการอบฟิล์มต่อการดูดซึมน้ำและการละลาย ของฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสม....56

5 สรุปผลการวิจัยและเสนอแนะ....65

รายการอ้างอิง....67

ภาคผนวก....71

ประวัติผู้วิจัย....74

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
2.1	ปริมาณไคตินที่พบในสิ่งมีชีวิตชนิดต่าง ๆ	6
2.2	สมบัติเฉพาะของไคตินและไคโตแซน	9
2.3	ตัวทำละลายทั่วไปสำหรับไคตินและไคโตแซน	11
2.4	ความสามารถในการละลายของไคโตแซนในสารละลายชนิดต่าง ๆ	11
2.5	ผลของปริมาณการแทนที่ของหมู่เมทอกซิล และหมู่ไฮดรอกซีโพรพอซิลต่ออุณหภูมิการเกิดเจล	21
2.6	ความทนแรงดึงและการยืดตัวของพอลิเมอร์ผสมไคโตแซนและพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่อัตราส่วนต่าง ๆ	28
4.1	ผลของการอบฟิล์มด้วยอุณหภูมิต่าง ๆ ต่อปริมาณความชื้นของฟิล์ม	43
4.2	การดูดซึมน้ำ และการละลายของฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมที่อัตราส่วนต่าง ๆ ในสารละลายที่มีความเป็นกรด-ด่าง ต่างกัน	50

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
2.1	โครงสร้างทั่วไปของไคติน ไคโตแซน และเซลลูโลส	5
2.2	ขั้นตอนทั่วไปของการแยกไคติน และการเตรียมไคโตแซน	8
2.3	การเกิดปฏิกิริยาของไคโตแซน (ก) การเกิดปฏิกิริยาในภาวะกรด (ข) การเกิดปฏิกิริยาในกรดไนตรัส	10
2.4	ความสัมพันธ์ของความหนืด และอุณหภูมิของไคโตแซน	13
2.5	โครงสร้างทั่วไปของเซลลูโลส และเซลลูโลสอีเธอร์บางชนิด	15
2.6	เมทิลเซลลูโลสที่มี Degree of substitution = 2.0	15
2.7	ไฮดรอกซีโพรพิลเซลลูโลสที่มี Molar substitution = 2.0	16
2.8	ความสัมพันธ์ของเปอร์เซ็นต์การแทนที่ และ degree of substitution ของเมทิลเซลลูโลส และไฮดรอกซีโพรพิลเมทิลเซลลูโลส	17
2.9	ความหนืดปรากฏและอัตราการเฉือนสำหรับของเหลวที่มีพฤติกรรมการไหลแบบ Newtonian และ Pseudoplastic	19
2.10	ความหนืดปรากฏและอัตราการเฉือนของสารละลายเมทิลเซลลูโลส และไฮดรอกซีโพร-พิลเมทิลเซลลูโลส ที่มีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากัน แต่ Degree of substitution ต่างกัน	19
2.11	ความสัมพันธ์ของน้ำหนักโมเลกุลเมทิลเซลลูโลส และความแข็งแรงของเจล (A = หมู่แทนที่เป็นหมู่เมทอกซิลเท่านั้น)	22
2.12	ความสัมพันธ์ของความแข็งแรงของเจล และ Molar substitution ของหมู่ไฮดรอกซีโพร-พอกซิล เมื่อ Degree of substitution = 1.63-1.88 เมื่อความหนืดที่ 2% สารละลายเป็น 400-8,000 MPa.S	23
2.13	ขั้นตอนการควบคุมการปลดปล่อยสารหรือตัวยาของฟิล์มเคลือบ	34
3.1	แผนภูมิขั้นตอนการวิจัย	36
4.1	ลักษณะของฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมไคโตแซนและไฮดรอกซีโพรพิลเมทิลเซลลูโลส ที่อัตราส่วนต่าง ๆ	45
4.2	X-ray Diffractogram ของฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมที่อัตราส่วน Chitosan/HPMC ต่าง ๆ กัน	46
4.3	ความทนแรงดึงของฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมของไคโตแซนและไฮดรอกซีโพรพิล-เมทิลเซลลูโลสที่อัตราส่วนต่าง ๆ	48

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่ หน้า

4.4 การยืดตัวของฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมของไคโตแซนและไฮดรอกซีโพรพิลเมทิลเซลลูโลสที่อัตราส่วนต่าง ๆ 48

4.5 ความต้านทานต่อแรงดึงของฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมของไคโตแซนและไฮดรอกซีโพรพิล-เมทิลเซลลูโลสที่อัตราส่วนต่าง ๆ ที่ผ่านการอบด้วยอุณหภูมิ 60°C 90°C และ 120°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และที่ไม่ผ่านการอบด้วยความร้อน.....55

4.6 การยืดตัวของฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมของไคโตแซนและไฮดรอกซีโพรพิลเมทิลเซลลูโลสที่อัตราส่วนต่าง ๆ ที่ผ่านการอบด้วยอุณหภูมิ 60°C 90°C และ 120°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และที่ไม่ผ่านการอบด้วยความร้อน.....55

4.7 การดูดซึมน้ำของพอลิเมอร์ผสมที่อัตราส่วนต่าง ๆ ในสารละลายกรด (pH 1.0) เมื่ออบฟิล์มด้วยอุณหภูมิ 60 -120°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และที่ไม่ผ่านการอบด้วยความร้อน...57

4.8 การดูดซึมน้ำของพอลิเมอร์ผสมที่อัตราส่วนต่าง ๆ ในสารละลายกรด (pH 1.0) เมื่ออบฟิล์มด้วยอุณหภูมิ 60 -120°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และที่ไม่ผ่านการอบด้วยความร้อน...57

4.9 การดูดซึมน้ำของพอลิเมอร์ผสมที่อัตราส่วนต่าง ๆ ใน น้ำกลั่น (pH 6.1) เมื่ออบฟิล์มด้วยอุณหภูมิ 60 -120°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และที่ไม่ผ่านการอบด้วยความร้อน...58

4.10 การดูดซึมน้ำของพอลิเมอร์ผสมที่อัตราส่วนต่าง ๆ ในน้ำกลั่น (pH 6.1) เมื่ออบฟิล์มด้วยอุณหภูมิ 60 -120°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และที่ไม่ผ่านการอบด้วยความร้อน...58

4.11 การดูดซึมน้ำของพอลิเมอร์ผสมที่อัตราส่วนต่าง ๆ ในสารละลายบัฟเฟอร์ (pH 7.4) เมื่ออบฟิล์มด้วยอุณหภูมิ 60 -120°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และที่ไม่ผ่านการอบด้วยความร้อน.....59

4.12 การดูดซึมน้ำของพอลิเมอร์ผสมที่อัตราส่วนต่าง ๆ ในสารละลายบัฟเฟอร์ (pH 7.4) เมื่ออบฟิล์มด้วยอุณหภูมิ 60 -120°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และที่ไม่ผ่านการอบด้วยความร้อน.....59

4.13 การดูดซึมน้ำของฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมเมื่ออบด้วยอุณหภูมิ 60-120°C เวลา 1 ชั่วโมง และฟิล์มที่ไม่ผ่านการอบด้วยความร้อนในสารละลาย pH ต่างชนิดกัน.....60

4.14 การละลายของฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมเมื่ออบด้วยอุณหภูมิ 60-120°C เวลา 1 ชั่วโมง และฟิล์มที่ไม่ผ่านการอบด้วยความร้อนในสารละลาย pH ต่างชนิดกัน.....61